

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-046923

(43)Date of publication of application : 14.03.1985

(51)Int.Cl.

C01F 7/02

C30B 29/10

(21)Application number : 58-153466

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 23.08.1983

(72)Inventor : OGURI YASUO
AWATA MITSURU
KIJIMA NAOTO

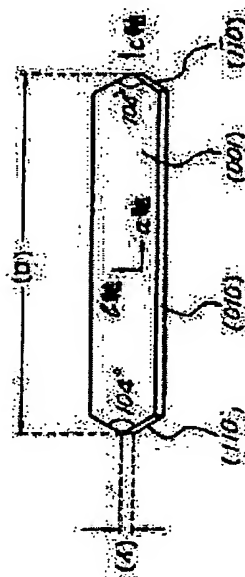
(54) BOEHMITE

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide boehmite having a specific crystal form and capable of giving a formed article having low bulk density with little thermal shrinkage.

CONSTITUTION: The objective boehmite has a crystal form having a ratio of the maximum length (B) along the a-axis to the length (A) along the C-axis of ≥ 10 , and the maximum length (B) along the a-axis of $\geq 2,000 \text{ \AA}$.

The boehmite can be produced by the hydrothermal reaction of an aqueous slurry of a boehmite-forming compound in the presence of a calcium compound (e.g. CaO) and a compound having alcoholic hydroxyl group (e.g. ethylene glycol).



⑫ 公開特許公報(A)

昭60-46923

⑤ Int. Cl.⁴C 01 F 7/02
C 30 B 29/10

識別記号

庁内整理番号

7508-4G
6542-4G

④ 公開 昭和60年(1985)3月14日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑬ 発明の名称 ベーマイト

⑰ 特 願 昭58-153466

⑱ 出 願 昭58(1983)8月23日

⑲ 発 明 者 小 栗 康 生 横浜市緑区鶴志田町1000番地 三菱化成工業株式会社総合
研究所内⑲ 発 明 者 栗 田 満 横浜市緑区鶴志田町1000番地 三菱化成工業株式会社総合
研究所内⑲ 発 明 者 木 島 直 人 横浜市緑区鶴志田町1000番地 三菱化成工業株式会社総合
研究所内

⑳ 出 願 人 三菱化成工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 長谷川 一 外1名

明 細 書

1 発明の名称

ベーマイト

2 特許請求の範囲

- (1) c 軸に垂直な相対する結晶面間の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が10以上の結晶外形を有することを特徴とするベーマイト。
- (2) a 軸方向の最大長さが 2000 \AA 以上であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のベーマイト。

3 発明の詳細な説明

本発明は新規な結晶外形を有するベーマイトに関する。

ベーマイトは、ギブサイトのようなベーマイト形成化合物の水スラリーを水熱処理することによつて得られ、特徴的な結晶外形を有する。

第1図は、従来のベーマイトの結晶外形を模式的に現わした説明図である。ベーマイトは斜方晶系に属するが、結晶外形を構成している結晶面は (110) 、 $(1\bar{7}0)$ 、 (001) であり、

(110) と $(1\bar{7}0)$ の面角は 76° と 104° である。また、 (110) と (001) の面角および $(1\bar{7}0)$ と (001) の面角は 90° である。 a 軸は (001) に平行で (110) と $(1\bar{7}0)$ のなす 104° の面角の二等分線の方にあり、 b 軸は (001) に平行で (110) と $(1\bar{7}0)$ のなす 76° の面角の二等分線の方にある。

従来公知のベーマイトは、第2図の走査型電子顕微鏡写真($\times 8000$)に示すように、 (001) の結晶面が菱形をしており、 $(1\bar{7}0)$ と (110) の結晶面は長方形であり、全体の外形としては単斜柱状のものである。

本発明は、このような従来公知のベーマイトとは全く異なつた新規な結晶外形を有するベーマイトを提供するものである。即ち、本発明の要旨は、 c 軸に垂直な相対する結晶面間の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が10以上の結晶外形を有することを特徴とするベーマイトに存する。以下、本発明を詳細に説明する。

本発明のベーマイトは c 軸に垂直な相対する

結晶面間の長さ(図中、(f)で示した長さ、以下、 c 軸方向の長さという)に対する a 軸方向の最大長さ(図中、(g)で示した長さ)の比によつて特徴づけられる。従来公知のペーマイトにおいては、 c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が5以下である。一方、第3図及び第4図は、本発明のペーマイトの模式図及び走査型電子顕微鏡写真($\times 28000$)を示すものであるが、これらの図から明らかなように本発明のペーマイトは c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が10以上であつて、従来公知のものに比べて a 軸方向の最大長さが長い。また、本発明のペーマイトは a 軸方向に極度に発達しているため、従来公知のペーマイトの結晶外形には現われていない(010)の結晶面が現われている。さらに、本発明のペーマイトは a 軸方向の最大長さによつても特徴づけられる。従来、擬ペーマイトにおいては c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が10以上で、かつ a 軸方向の最大長さが 2000Å 以上のもの

のは製造されている。しかし、ペーマイトにおいては、 c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が10以上で、かつ a 軸方向の最大長さが 2000Å 以上のものは製造されていない。従来公知のペーマイトにおいては、 a 軸方向の最大長さを 2000Å 以上に長くしたものは c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が5以下のペーマイトである。しかるに、本発明のペーマイトは c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が10以上であり、かつ、 a 軸方向の最大長さが 2000Å 以上である。

本発明のペーマイトは次のように製造される。即ち、ペーマイト形成化合物の水スラリーを水熱合成するに際し、スラリー中にカルシウム化合物とアルコール性の水酸基を有する有機化合物とを存在させておくことによつて本発明のペーマイトが容易に得られる。

ペーマイト形成化合物としては、ギブサイト、 β -エーアルミナ等の 100°C 以上

の温度で水熱処理条件下、ペーマイトを生成するアルミニウム含有化合物が用いられる。

水スラリー形成のための水の量は、通常、ペーマイト形成化合物100重量部に対して30～300重量部の範囲から選ばれる。水の量が少なすぎると水スラリーの粘度が高くなり、攪拌等の操作が困難になり、また多すぎると水熱処理中に無用な熱源の増加を招き経済的ではない。

カルシウム化合物としては、 CaO 、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 CaAl_2O_6 等の水熱処理に際しカルシウムイオンを水スラリー中に供給するカルシウム化合物が用いられ、その量はペーマイト形成化合物の Al_2O_3 換算の100重量部に対して Ca 換算で0.05～20重量部、好ましくは0.1重量部～10重量部の範囲から選ばれる。

アルコール性の水酸基を有する有機化合物としては、各種の有機化合物を用い得るが、通常は、水熱処理時の温度以上の沸点を有するものが用いられる。また水酸基が1個のものも使用

し得るが、水酸基が2個以上のものが好ましく、具体例としては、エチレングリコール、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロース等が挙げられ、その使用量はペーマイト形成化合物の Al_2O_3 換算の100重量部に対して0.01重量部～100重量部、好ましくは0.1～50重量部の範囲から選ばれる。

水熱処理は、 100°C ～ 400°C 、好ましくは 150°C ～ 300°C で、 $1\text{Kg}/\text{cm}^2$ ～ $1,000\text{Kg}/\text{cm}^2$ 、好ましくは、 $5\text{Kg}/\text{cm}^2$ ～ $100\text{Kg}/\text{cm}^2$ の加圧下、0.1時間～100時間、好ましくは、1時間～10時間行なわれる。

ペーマイトは、例えば、これを成形体にして断熱材として用いられるが、本発明のペーマイトよりなる成形体は、次のような利点を有する。即ち、本発明のペーマイトは、 c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が従来公知のペーマイトより大きいので、これを成形体とした場合、ペーマイト結晶同士の間合いが強く、成形体の強度が高い。従つて、同程度

の強度を成形体に持たせようとする、従来公知のペーマイトを用いるよりも低嵩比重の成形体を得ることが可能である。一般に、成形体を断熱材として用いる場合、低嵩比重の成形体ほど断熱性能が良好である。

なお、前述のように c 軸方向の長さに対する a 軸方向の最大長さの比が大きいものには擬ペーマイトが従来から知られているが、これらにより構成される成形体は加熱時にアルミナに転移する際、著しく収縮してしまうため断熱材等の用途には適さない。本発明のペーマイトは結晶性が良好であるので、加熱時の収縮が殆どなく、成形体として使用した場合に前述のような不都合はない。

本発明方法のペーマイトよりなる成形体を得る方法としては、例えばペーマイト形成化合物、カルシウム化合物及びアルコール性の水酸基を有する有機化合物の水スラリーを成形したのち水熱処理するか、もしくはこの水スラリーを水熱処理したのち成形すれば良い。かくして得ら

れたペーマイト成形体は、これを構成する結晶の実質的全量が前記した特定の形態を有し断熱材として叙上のような優れた効果を發揮する。

以下、本発明を実施例によつて更に詳細に説明する。

実施例1

ギブサイト100重量部、水酸化カルシウム1.6重量部及びポリビニルアルコールの10%水溶液100重量部を室温下で攪拌して水スラリーを得た。

このスラリーを金型に注型した後、200℃、1.5 Kg/cm²の条件で4時間水熱処理を行ない、その後、100℃で24時間乾燥してペーマイトを得た。得られたペーマイトの電子顕微鏡写真(×28000)を第4図に示す。

第4図から明らかなように、ペーマイトの結晶外形は、 c 軸に垂直な相対する結晶面間の長さは、約800Åであり、 a 軸方向の最大長さは平均的に約18,000Åであり、前者に対する後者の比は、22.5である。

4 図面の簡単な説明

第1図はペーマイトの結晶外形を示す模式図、第2図は従来のペーマイトの結晶構造を示す走査型電子顕微鏡写真(8000倍)、第3図は本発明のペーマイトの結晶外形を示す模式図、第4図は本発明のペーマイトの結晶構造を示す走査型電子顕微鏡写真(28000倍)である。

(1) …… c 軸に垂直な相対する結晶面間の長さ

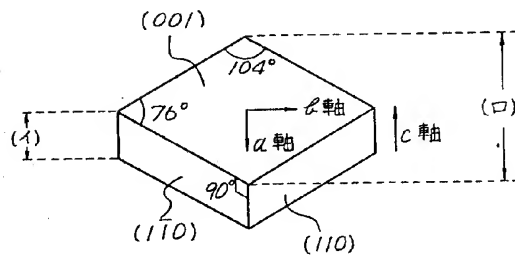
(a) …… a 軸方向の最大長さ

出願人 三菱化成工業株式会社

代理人 弁理士 長谷川 一

ほか1名

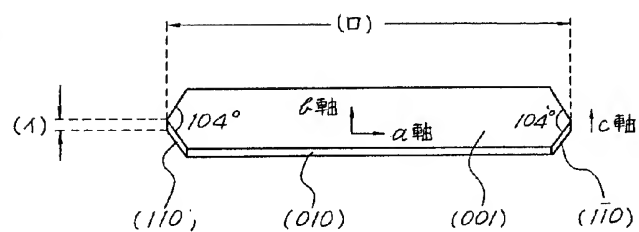
第1図



第 2 図



第 3 図



第 4 図

